



PATENT

02-R455-A-EDG

J6817/1(C)

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

Customer No.: 000201  
Applicant: Au et al.  
Serial No.: 10/674,261  
Filed: September 29, 2003  
For: METHOD AND KIT FOR THE GRADUAL PERMANENT  
COLORING OF HAIR

Group: 1751  
Examiner: Eisa B. Elhilo  
Englewood Cliffs, NJ 07632

**DECLARATION OF VAN AU FILED UNDER 37 CFR § 1.132**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

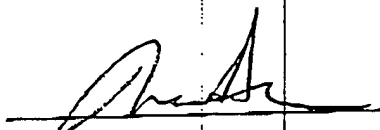
I, Van Au, residing at 2331 Joyce Lane, Naperville, Illinois 60564, and a citizen of The United States of America do hereby declare that:

**BEST AVAILABLE COPY**

1. I am the Van Au who is one of the named inventors of the above-identified application.
2. I received a Baccalaureate of Science degree in chemistry from State University of New York at Albany in 1987 and a Master of Science degree in chemistry from Stevens Institute of Technology in 2000.
3. I have been employed by Unilever since 1988 and currently hold the position of Senior Project Scientist. During my period of employment with Unilever I have undertaken various activities related to the formulation and evaluation of a variety of personal care products, including hair coloring compositions.
4. I have read and am familiar with the Office Action that was mailed in connection with the above-identified application on September 3, 2004, including the patent documents cited therein.
5. I understand that claims 1-14 of the subject application have been rejected as obvious over Casperson et al. (U.S. Patent No. 5,376,146) in view of Lapidus et al. (U.S. Patent No. 4,104,021) and further in view of Bugaut et al. (U.S. Patent No. 5,085,666).

6. Hair dye and developer compositions having the formulations described in the attached Appendix were prepared under my direction. Each of the dye compositions contained ammonium carbonate in an amount of 7.40 weight percent.
7. Colorant compositions were prepared by mixing equal parts by weight of the dye composition being evaluated with the described developer composition. The resulting hair colorant composition was evaluated for its impact on damage to hair. The evaluation was conducted on Caucasian hair tresses of the Piedmont type, which tresses were supplied from IHIP. The tresses were about 6 to 9 inches in length and weighed about 9 grams. In the evaluation, a tress was first wet with water and then was treated with approximately 9 g of the colorant composition to be tested. The colorant composition was allowed to remain on the tress for approximately 5 minutes; the tress was then rinsed in water to remove residual amounts of the colorant composition. The treatment was repeated to provide a total of 7 treatments cycles for each tress from each colorant composition evaluated (i.e., 1 tress per colorant composition evaluated, 7 treatments per tress). The treated tresses were then tested for hair damage following the Cysteic Acid Test described in Experimental section 8 of the subject application, except that data is reported as an average of 5 measurements per tress, with each measurement being itself an average of 32 scans. Data from the Cysteic Acid Test is reported in the Appendix.
8. As demonstrated by the accompanying data, the ammonium-carbonate containing hair colorant compositions that contained 1.00, 2.00, and 4.00 weight percent of the chelant (disodium EDTA), were significantly less damaging to hair than otherwise identical compositions that contained no or 0.20 weight percent of the chelant.

9. I hereby further declare that all statements made herein of my own knowledge are true and that all statements made on information and belief are believed to be true; and further that these statements were made with the knowledge that willful false statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both, under Section 1001 of Title 18 of the United States Code, and that such willful false statements may jeopardize the validity of the application or any patent issuing therefrom.

  
Van Au

  
Date

**APPENDIX**

<b>I. Dye Composition</b>		
Water		Balance to 100.00%
50% Liquid Citric Acid		0.20%
Cetyltrimethylammonium Chloride		0.10%
Dicetyldimmonium Chloride		2.10%
Stearyl Alcohol and Ceteareth-20		1.00%
Cetyl Alcohol		3.60%
Sodium Metabisulfite		0.15%
Erythobic Acid		0.01%
Dimethicone		0.10%
Cyclopentasiloxane		1.80%
Fragrance		0.80%
DMDM Hydantoin (55% active)		0.10%
NH <sub>4</sub> OH (28% active)		3.60%
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>		7.40%
NaOH-50%		6.50%
Disodium EDTA (dry)*		*
Total		100.00%

\*Amount was varied to provide the disodium EDTA content described in Table II below.

Table II

<u>Dye Composition</u>	<u>Wt. % Chelant</u>
D1	0
D2	0.40
D3	2.00
D4	4.00
D5	8.00

**III. Developer Composition**

	<u>%</u>
Deionized Water	61.70
Sodium Stannate	0.01
Phosphoric Acid, 85%	0.02
Stearimidopropyl Dimethylamine	0.50
Dicetyldimmonium Chloride	2.10
Stearyl Alcohol and Cetareth-20	1.00
Cetyl Alcohol	3.80
Potassium Chloride	0.10
Dimethicone	0.10
Cyclopentasiloxane	1.80
DMDM Hydantoin	0.10
Hydrogen Peroxide, 35%	28.60
Phosphoric Acid, 85% Active	0.17
Total	100.00

IV. Colorant Composition (ratio by weight of dye and developer compositions, 1:1)

Dye Composition	Chelant Content (wt.% of colorant composition)	Hair Damage ( $\Delta$ Cysteic Acid)
D1	0	0.26
D2	0.20	0.25
D3	1.00	0.021
D4	2.00	0.010
D5	4.00	0.081



**SIKKERHEDSDATABLAD****MASQUOL DTPA**

Udstedelsesdato: 11. juni, 2001

Revisionsdato: 06.03.2002

Side 1 af 4

**1. Identifikation af stoffet / materialet og leverandøren.**

Produktets navn: Masquol DTPA

Pr-nr.: 1262265

Firmanavn: Lars Christensen Handel A/S  
Peter Bangsvej 33  
2000 Frederiksberg

Tlf: 3886 4005

Fax: 3886 2305

e-mail: eg@lch.dk

Anvendelsesområde:  
Udskillelsesagent til gødskningsprodukterAnvendelsesbegrænsninger:  
Ingen.Krav til særlig uddannelse:  
Arbejde med produktet må kun udføres af personer der har fået vejledning om sikkerheds- og sundhedsmæssige problemer og foranstaltninger i forbindelse med arbejdet.**2. Sammensætning / oplysning om indholdsstoffer**

Farlige stoffer i henhold til dansk lovgivning.

Navn	CAS nr.	Symbol	R-sætninger
Diethylenetriamine pentacetic acid, pentasodium salt	140-01-2	<40	Xi
NTA	5064-31-3	1-3	36

Eventuelle flygtige stoffer er angivet i pkt. 8, med ppm.

**3. Fareidentifikation**

Lokalirriterende.

Irriterer øjnene.

NTA (nitrilotrieddikesyre og dens salte) er optaget på Arbejdstilsynets liste over kræftfremkaldende stoffer. Produktet er omfattet af Arbejdstilsynets bekendtgørelse om foranstaltninger til forebyggelse af kræftisikoen ved arbejde med stoffer og materialer.

## MASQUOL DTPA

Side 2 á 4.

**4. Førstehjælpsforanstaltninger****Generelt:**

I tvivlstilfælde bør læge kontaktes. Giv aldrig væske og fremkald aldrig opkastning hvis patienten er bevidstløs eller har kramper.

**Indånding:**

Patienten flyttes ud i frisk luft. Opsøg evt. læge.

**Øjenkontakt:**

Skyl straks med store mængder vand i mindst 15 minutter. Spil øjet godt op. Opsøg øjenlæge for kontrol

**Huden:**

Huden vaskes med vand og sæbe. Ved tegn på betændelse søges læge.

**Indtagelse:**

Drik flere glas vand. Fremkald IKKE opkastning. Opsøg læge.

**5. Brandbekæmpelse**

Brand- og eksplosionsfærer:

Brandslukningsmidler:

Særligt beskyttelsesudstyr:

Ingen kendte.

Almindelige brandslukningsmedier kan anvendes. Anvend IKKE direkte vandstråle

Anvend luftforsynet åndedrætsværn. Undgå udledning af brandslukningsvand til miljøet.

**6. Forholdsregler overfor udslip ved uheld**

Personlig beskyttelse: Se afsnit 8.

Miljøbeskyttelse: Undgå udløb til afløb, kloak eller vandløb samt forurening af jord eller vegetation. Ved forurening af miljøet vand/jord- underrettes de lokale myndigheder.

Rengøring: Spild opsamles med absorberende materiale i egnede beholdere og bortskaffes i henhold til afsnit 13.

**7. Håndtering og opbevaring****Håndtering:**

Hold beholdere tæt tilhukkede. Sørg for tilstrækkelig effektiv ventilation. Håndteres og åbnes med forsigtighed.

**Opbevaring:**

Anbefalet emballage: Glas. Polyethylen. Rustfrit stål.

Anvend ikke emballage af aluminium eller jern.

**8. Eksponeringskontrol / personlige værnemidler**

Tekniske foranstaltninger: Sørg for tilstrækkelig ventilation, punktudsugning ved støvdannelser. Nødbruser, øjenbruse og øjenskyllflaske bør være tilgængeligt i arbejdsområdet.

Grænseværdi i henhold til Arbejdstilsynets liste over grænseværdier dateret oktober 2000:

Ingen fastsat.

**Personlige værnemidler:**

Åndedrætsværn: Ikke påkrævet.

Håndværn: Anvend egnede handsker.

Øjenværn: Anvend tætsluttende beskyttelsesbriller.

Andet: Undgå kontakt med huden og øjnene.

**MASQUOL DTPA**

Side 3 á 4.

<b>9. Fysisk-kemiske egenskaber</b>	
Fysisk tilstand	: Farveløs til svagt gul væske uden lugt
pH-værdi (konc.)	: ≈ 11,5 ved 1 % i vand
Kogepunkt	: ≈ 100 °C
Nedbrydnings-temp.	: > 200 °C
Flammepunkt	: > 100 °C
Selvantændelsestemp.	: > 200 °C
Massefylde	: ≈ 1,30 g/cm <sup>3</sup> ved 20 °C
Damptryk	: ≈ 25 hPa ved 25 °C
Udskillelseskraft	: 31,5 ± 0,5 mgCa/g
Vandopløselighed	: Fuldstændig opløselig
Opløselighed i polære opløsningsmidler	: Ikke opløselig
Opløselighed i upolære opløsningsmidler	: Ikke opløselig
Viskositet	: ≤ 100 mPas ved 20 °C
<b>10. Stabilitet og reaktivitet</b>	
Stabilitet:	Stabilt ved stuetemperatur.
Farlige reaktioner:	Reagerer med stærkt oxiderende materialer.
Farlige nedbrydningsprodukter:	Ingen kendte under normale håndteringsforhold. Vandopløsninger der kommer i kontakt med kobber og aluminium afgiver hydrogen. Ved pyrolyse: Giftige gasser; CO, CO <sub>2</sub> og NO <sub>2</sub> .
<b>11. Toksikologiske oplysninger / sundhedsfarlige egenskaber</b>	
<b>Akut toksicitet:</b>	
Akut LD <sub>50</sub> , oralt, rotte:	> 2000 mg/kg.
<b>Indånding:</b>	
Indånding af støv irriterer åndedrætsorganerne.	
<b>Hudkontakt:</b>	
Irriterer huden	
<b>Øjnene:</b>	
Irriterer øjnene.	
<b>Indtagelse:</b>	
Ingen data.	
<b>Kræftfremkaldende egenskaber:</b>	
NTA (nitrilotrieddikesyre og dets salte) er optaget på Arbejdstilsynets liste over kræftfremkaldende stoffer	
<b>12. Miljøoplysninger</b>	
Bionedbrydelighed:	Svagt bionedbrydelig.
Økotoksicitet:	Indeholder nitrogene biprodukter.
	BOD <sub>5</sub> : 0 mgO <sub>2</sub> /g
	COD: ≈ 390 mgO <sub>2</sub> /g
Microtox:	5 mn: 10,5 %    15 mn: 9,1
LC <sub>50</sub>	> 500 mg/L - fisk 96h
<b>13. Bortskaffelse</b>	
Rester af produktet er klassificeret som kemikalieaffald der opsamles i egnede beholdere som sendes til kommunekemi eller til kommunal modtagestation til destruering/bortskaffelse. Emballagen mærkes som følger: Indeholder et stof omfattet af dansk arbejdsmiljøregulering med hensyn til kræftisiko.	

**MASQUOL DTPA**

Side 4 á 4.

**14. Transportoplysninger**

Transport kan finde sted i overensstemmelse med ADR for vejtransport, RID for jernbanetransport og IMDG for søtransport:

UN-nr: 3267 Klasse: 8 Pkg.gr.: III

Transportbetegnelse: Ætsende væske, basisk organisk n.o.s. (ætsende el. svagt ætsende).

ADR/RID-klasse: 8 Punkt: 56 (c)

IMDG-klasse: 8 + (P) Pkg.gr.: III EmS: 8-15 MFAG: 760

Shipping name: Corrosive liquid, basic organic n.o.s. (corrosive or weak corrosiv).

**15. Oplysninger om regulering**

I overensstemmelse med Miljøministeriets bekendtgørelse om klassificering, emballering, mærkning, salg og opbevaring af kemiske stoffer og produkter og Arbejdstilsynets bekendtgørelse om fastsættelse af kodenumre er produktet mærket som følger:



Lokalirriterende

R-sætninger: 36- Irriterer øjnene

S-sætninger: 24- Undgå kontakt med huden.  
26- Kommer stoffet i øjnene, skylles straks grundigt med vand og læge kontaktes.

Pr-nr.: 1262265

**16. Andre oplysninger**

NTA (nitritotrieddikesyre og dens salte) er optaget på Arbejdstilsynets liste over kræftfremkaldende stoffer

Oplysningerne i dette sikkerhedsdatablad er baseret på vor nuværende viden, informationer fra producenten samt på EU og national lovgivning. Brugerens arbejdsforhold er uden for vor kontrol. Anvisningerne i dette sikkerhedsdatablad er givet under forudsætning af, at produktet anvendes som angivet i afsnit 1, ligesom det er forudsat at anvendelsesbegrænsninger og krav til uddannelse er overholdt.

Det er altid brugerens ansvar at opfylde kravene fastlagt i national lovgivning. Oplysningerne i dette sikkerhedsdatablad bør opfattes som en beskrivelse af de sikkerhedskrav, der stilles til produktet.

Oplysningerne er ingen garanti for produktets egenskaber.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**